

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: WU, Wenqing) Group Art Unit: not assigned
Serial No.: not assigned)) Examiner: not assigned
Filed: herewith))

For: IMPROVEMENT IN A FLUIDISED BED POLYMERIZATION REACTOR

Jc841 U.S. PTO
09/643494
09/22/00
C6

Assistant Commissioner
for Patents
Box Patent Application
Washington, D.C. 20231

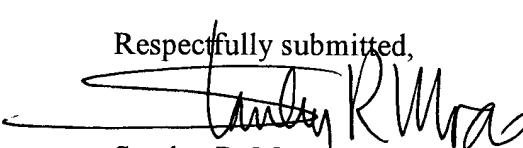
CERTIFICATE OF MAILING BY EXPRESS MAIL	
"EXPRESS MAIL" Mailing Label No. EL525023142US	
Date of Deposit: <u>Aug 22, 2000</u>	
I hereby certify that this paper or fee is being deposited with the U.S. Postal Service "Express Mail Post Office to Addressee" service under 37 CFR 1.10 on the date indicated above and is addressed to the Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231	
Type or Print Name	Dorothy MacKinnon
<u>Dorothy MacKinnon</u>	
Signature	

Dear Sir:

CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 U.S.C. § 119

Under the provisions of 35 U.S.C. 119 Applicant hereby claims the priority of China patent application no. CN99118186.7 filed on 30 August 1999, which is mentioned in the declaration of the above-identified application. A certified copy of the priority document is filed herewith.

Respectfully submitted,


Stanley R. Moore
Reg. No. 26,958

Jenkens & Gilchrist, P.C.
1445 Ross Avenue, Suite 3200
Dallas, Texas 75202-2799
214/855-4713 (Direct)
214/855-4300 (Fax)

JC841 U.S. PTO
09/643494
06/22/00



CERTIFICATE

The appendix to the present certificate is the following copy of the patent application submitted to the Chinese Patent Office

Filing date: 30.08.1999

Application No.: 99118186.7

Class of application: Invention

Title of invention: Improvement in a Fluidized Bed Polymerization
Reactor

Inventor(s): WU, Wenqing

Applicant(s): 1. China Petrochemical Corporation
2. Tianjin United Chemical Corporation

Ying, JIANG

Commissioner of China State
Intellectual Property Office

证 明

JC841 U SPT 09/643494
09/22/00

本证明之附件是向本局提交的下列专利申请副本

申 请 日： 1999 08 30

申 请 号： 99 1 18186.7

申 请 类 别： 发明专利

发明创造名称： 流化床聚合反应器的改进

申 请 人： 中国石油化工集团公司；天津联合化学有限公司

发明人或设计人： 吴文清

中华人民共和国
国家知识产权局局长

姜颖

2000 年 5 月 25 日

权 利 要 求 书

1. 流化床聚合反应器，该反应器包括：

- a. 在反应器流化段下面的一个分布板；
- b. 由该分布板将其下面的反应器空间限定而成的一个混合室；和
- c. 安装在分布板下方、反应器底部入口的一个导流器，其特征在于该导流器包括一环形板和一锥形板，

该环形板借助于定位架将环形板固定在孔径为 D_1 的反应器底部入口的上方，所说环形板有一孔径为 D_2 的中心孔；和

该锥形板位于环形板之上与环形板同心，借助于定位架固定在环形板上，该锥形板为倒锥形，与水平面呈 α 锥角，该锥形板有一孔径为 D_3 的中心孔；

环形板与反应器底部的最小截面积为 S_1 ，和环形板与锥形板的最小截面积为 S_2 ，

该导流器至少可提供三条使气流通入混合室的通道，即气流进入反应器底部入口形成沿着混合室器壁通过 S_1 向上流动的第一气流通道、流经环形板中心孔 D_2 向上沿着锥形板下部通过截面 S_2 向侧面流动的第二气流通道和继续向上流经锥形板中心孔 D_3 的直接向上的第三气流通道。

2. 权利要求 1 的反应器，其中导流器各组件的结构尺寸和参数如 20 下：

$$\alpha = 30 - 60^\circ;$$

$$D_1/D_2 = 1.2 - 1.6;$$

$$D_2/D_3 = 1.5 - 2.0;$$

$$S_1/S_2 = 3.8 - 4.8;$$

$$S_2/S_3 = 2.0 - 3.5; \text{ 和}$$

$$\Delta P = 7.0 - 16 \text{ kPa}.$$

3. 权利要求 2 的反应器，其中导流器各组件的结构尺寸和参数如下：

$$\alpha = 45^\circ;$$

$$D_1/D_2 = 1.44; D_2/D_3 = 1.77; S_1/S_2 = 4.28;$$

$$S_2/S_3 = 2.74; \text{ 和 } \Delta P = 11 \text{ kPa}.$$

说 明 书

流化床聚合反应器的改进

本发明涉及对流化床聚合反应器的改进，更具体地涉及对流化床
5 聚合反应器底部导流器的改进。

在用流化床反应器进行放热的聚合反应时，对反应速率要有所限制以便使放出的热量来得及从流化床中转移出去。一种提高反应热转移速率的方法是将所需循环返回反应器的呈单体状态的气体加以压缩和冷却，使之发生部分的冷凝。所产生的液体被循环的单体气流所夹带并随之返回到反应器中。这称之为“冷凝模式”的聚合反应操作法。
10 Jenkins 等人的美国专利 4,543,399 和 4,588,790 公开了这一操作法，该专利文献指出这种“冷凝模式”操作法可以降低循环气流的温度，并且由于液体的蒸发要吸收热量，在这两种作用的结合下使得此方法的时空产率明显高于“非冷凝模式”。

15 上述两种操作模式要求使用不同的反应器入口装置，当需要操作模式变换时要将反应器停车来更换入口装置。为了解决这一问题和进一步提高流化床反应器的生产效率，美国联合碳化物公司的中国专利申请 85106978 中公开一种新型反应器入口装置—导流器。该导流器安装在流化床反应器分布板的下方，可提供两个使气体进入混合室的气流通道，即沿着混合室壁的第一气流通道和直接向上的第二气流通道。
20 较佳的导流器是一种环形导流器，中间有一通孔提供一条在中央的向上气流通道，另外它还提供一个环绕导流器周围并沿着混合室壁的周边气流通道。据称，在这种结构的导流器的操作过程中，通过导流器和混合室壁之间的外周环形第二气流通道进入的气流使混合室壁被冲刷，从而防止固体粒子的聚集，也防止了液体在混合室中的聚集。
25 正如该文献图 1 和图 2 中箭头所示，中央向上气流和周边的气流发生混合，从而保证了气流中任何液体和/或固体物质达到更均匀的分布。

然而根据我们对这种从联碳引进的 Unipol 流化床聚合反应器普遍采用的这种环形导流板的多年操作实践发现这种导流器在冷凝状态
30 操作时，有以下缺点：

1. 气体分布不均。环形导流板中央气流量过大，速度过快，循环物流及其夹带的粉末、液体直接冲击到分布板底表面上，若循环物流夹带

块状聚合物时，小于 16 mm 的块状聚合物在高速物流的作用下，进入分布孔内，造成堵塞。而分布板外周边沿径向内约 500 mm 的环形区域内，物流速度减少，经常沉积粉末，造成分布板区域堵塞。

2. 沉积粉末，容易结片。环形导流板的上表面（即背向循环物流流动的方向上），因面积相对较大，物流又从两侧流动，使得此表面上方是一个“死区”，经常沉积粉末。这些粉末在入口物流温度达到足以使其软化粘结时，便形成和环形导流板上表面积相同大的片状聚合物。当在冷凝操作时，这些片状物因冲击、液体浸泡脱落且被物流冲击破碎后，冲向分布板，造成堵塞。

10 3. 冷凝剂用量范围小。这种环形导流板只限于冷凝剂用量在 $3\sim 10\%$ (wt) 的范围，不适合于更高冷凝剂用量的使用。

为此，本发明对导流器的结构进行大胆的改进。实际使用情况证明本发明的导流器完全克服了现有技术导流器的上述缺点。循环物流中的液相含量在 $3\sim 25\%$ (wt) 范围内均可安全稳定运行。由于冷凝量增加，使移热量增大，反应器的时空收率可进一步提高到原设计能力的 200% 。

因此，本发明提供一种新型流化床反应器，该反应器包括：

20 a. 安装在反应器流化段下面的一个分布板；
 b. 由该分布板将其下面的反应器空间限定而成的一个混合室；和
 c. 安装在分布板下方、反应器底部入口的一个导流器；

其特征在于该导流器包括一环形板和一锥形板，
 该环形板借助于定位架固定在孔径为 D_1 的反应器底部入口的上方，其中心有一孔径为 D_2 的通孔；和该锥形板位于环形板之上与环形板同心，借助于定位架固定在环形板上，该锥形板为倒锥形，与水平面呈 α 锥角，其中心有一孔径为 D_3 的通孔；环形板与反应器底部的最小截面积为 S_1 ，和环形板与锥形板的最小截面积为 S_2 ；

该导流器至少可提供三条使气流通入混合室的通道，即气流进入反应器底部入口形成沿着混合室器壁通过截面 S_1 向上流动的第一气流通道、流经环形板中心孔 D_2 向上沿着锥形板下部通过截面 S_2 向侧面流动的第二气流通道和继续向上流经锥形板中心孔 D_3 直接向上流动的第三气流通道。

本发明的上述特点及与现有技术对比的优点可参见下述附图给

予更详细的说明。

图 1 是现有技术使用的流化床反应器底部截面立视图，包括：分布板、混合室和导流器；

图 2 是图 1 中入口装置和导流器的放大图；

5 图 3 是本发明使用的流化床反应器底部的截面立视图，包括：分布板、混合室和导流器；和

图 4 是图 3 中的入口装置和导流器的放大图。

如图 3 和图 4 所示，环形板 3 借助于定位架 2 固定在反应器底部入口 1 的上方，锥形板 5 借助于定位架 4 固定在环形板 3 上。从入口装置 1 进入的循环物流，在环形板 3 周边的导引下形成沿混合室壁通过最小截面 S_1 向上流动的气流 I，它将因重力和器壁作用而从混合室器壁回落的液体向上冲击，防止了液体在反应器底部和混合室壁的积聚；另一部分循环物流通过环形板的中心孔，在锥形板 5 周边的导引下形成沿锥形板锥角 α 方向通过最小截面 S_2 向侧面流动的气流 II，它对环形板上方表面造成冲刷，同时它与气流 I 形成剪切、冲击，从而使脱离夹带或回落的液体再夹带和再雾化，而悬浮在气相物流中；通过环形板 3 中心孔的另一部分物流继续向上通过锥形板 5 的中心孔形成气流 III，它直接流向分布板，但由于气流 II 的分流，它向分布板的冲击已减弱，并和气流 I 和气流 II 在混合室内产生剪切、冲击和混合，20 进一步使分离出的液体重新雾化和被夹带，正如图中气流的箭头方向所示，使分布板下的整个反应器空间内的任何液体和/或固体物质实现更完美的混合，而不留任何死角，从而使气流通过分布板进入流化床时能充分地均匀分布。

导流器各组件的结构尺寸和参数可按如下所列范围进行选择。

25 1. 锥形板、环形板和反应器底部入口装置的孔径比

D_1 - 入口装置孔径

D_2 - 环形板中心孔孔径

D_3 - 锥形板中心孔孔径

$D_1/D_2 = 1.2 - 1.6$ ，优选 $D_1/D_2 = 1.44$

30 $D_2/D_3 = 1.5 - 2.0$ ，优选 $D_2/D_3 = 1.77$ 。

2. 通道面积比

S_1 - 气流 I 流经的最小环形截面积

S_2 - 气流 II 流经的最小环形截面积

S_3 - 气流 III 流经的最小圆形面积

$S_1/S_2 = 3.8 - 4.8$, 优选 $S_1/S_2 = 4.28$

$S_2/S_3 = 2.0 - 3.5$, 优选 $S_2/S_3 = 2.74$

3. 导流器的阻力降

5 导流器的阻力降 ΔP 是按导流器的总流通面积计算.

$\Delta P = 7.0 - 16 \text{ kPa}$, 优选 11 kPa .

4. 锥形板的锥角 α

$\alpha = 30 - 60^\circ$, 优选 $\alpha = 45^\circ$. 其中锥形板也可以采取近似于锥形的其它形状.

10 本发明的导流器与现有技术的导流器相比有如下一些优点.

1. 使循环物流进入混合室后, 液相物流及粉末均匀分布在气相中, 减少了中心孔的气流直接对分布板的冲击作用力, 使夹带的块状聚合物不易进入Φ16 的分布孔中.

15 2. 液相雾化更均匀. 45 度锥形环, 增加斜侧面方向的冲击、摩擦、剪切作用, 使液滴群在回落时再次被雾化而悬浮在上升的物流中, 均匀地通过分布板进入反应器中.

3. 由于增加了 45 度侧向气流量, 因而减少了分布板外周边沿径向 500 mm 环形区域内的粉末沉积, 减少了分布板被堵塞的机率.

20 4. 45 度侧向物流, 使环形导流板上方不再沉积粉末, 总是保持清洁, 无“死区”存在, 无粘结片现象.

5. 由于导流器增加了 11 kPa 的阻力降, 节流效应较好, 提高了雾化效果.

25 6. 使循环物流中的液相含量在 3 - 25% (wt) 范围内均可安全稳定运行, 反应器的时空收率可进一步提高到原设计值的 200%. 反应器连续运行周期提高到原有周期的 2 倍以上.

本发明所用的冷凝剂包括易挥发的液态饱和烃. 如异戊烷和正己烷. 但优选环戊烷, 这是与本申请共同拥有、共同未决的另一申请 × × × × × 的主要发明点. 在此将该申请全文引入本文作为参考.

30 本发明所用催化剂包括: 配位阴离子催化剂、阳离子催化剂、自由基催化剂, 并包括过滤金属组分或金属茂以及双峰产品催化剂.

实施例

采用从联碳引进的 Unipol 流化床烯烃聚合反应器, 其底部安装如图 3 和 4 所示的本发明的导流器. 在冷凝模式下操作, 生产低密度聚乙烯.

90.08.30

11

1. DGM-1820 低密谋产品运行数据

反应原料: 乙烯、丁烯-1、氢气

循环物流量: 552000Kg/h

循环物流中液体含量: 10 - 22% wt

5 时空收率: 180 - 230Kg/h · M³

生产产品: 低密度薄膜产品 DGM-1820.

催化剂: α 型

2. 连续运行 18 个月的情况。

循环物流流量稳定, 无波动现象, 证明导流器雾化均匀。

10 分布板压差无增长现象, 始终保持在 15-25Kpa 之间, 表明分布板无堵塞现象。

分布板上四个温度检测点的温度非常均匀, 任意两点温差小于 0.05°C, 表明分布板无堵塞情况, 树脂床层流化状态良好。

循环物流中液体总量瞬时达到 31% (wt), 反应器运行稳定。

15 3. 连续运行 18 个月后的检查情况。

环形板上方无任何粉末及结片, 非常清洁, 达到金属光泽水平。

分布板下表面外周边沿径向 500mm 环形区域内至整个分布板下表面无粉末沉积、挂吊、粘附等情况, 非常干净。

分布板上 679 个 $\Phi 16$ 的孔无堵塞。

20 4. 反应器及导流器尺寸:

反应器尺寸: 直径: 3.05m; 直筒段高度 12m

导流器尺寸: $D_1 = 467\text{mm}$; $D_2 = 330\text{mm}$; $D_3 = 186\text{mm}$.

结果表明使用本发明的导流器未观测到生产运行的操作问题和对产品的不利影响。气流中含液量在 3 - 25% (wt) 范围内均可安全 25 稳定运行。这表明在如此高的含液量下液体仍能很好被夹带和雾化而不会在反应器底部积聚和产生液泛。反应器停车检查时未发现由于树脂堆积而造成分布板堵塞, 在混合室器壁及导流器表面均是清洁的。

99-08-30 12

说 明 书 附 图

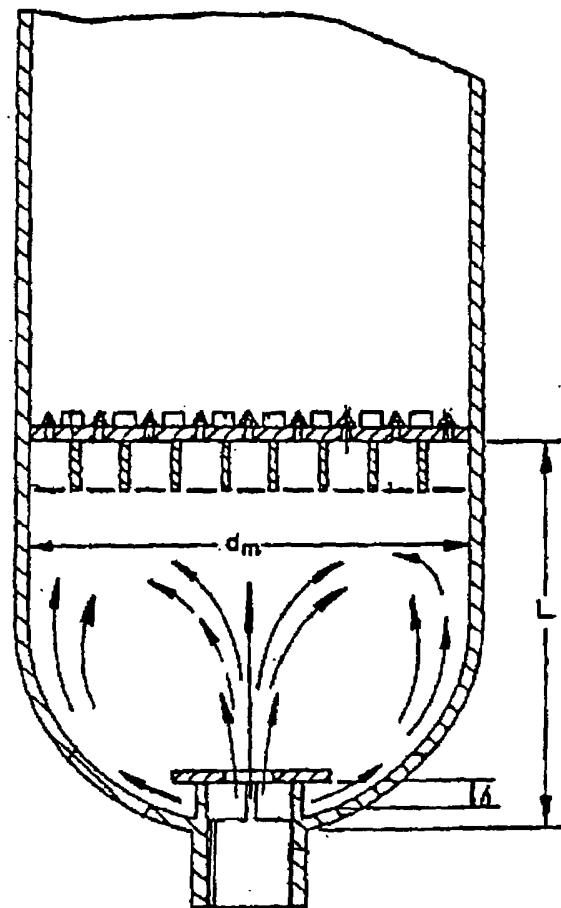


图 1

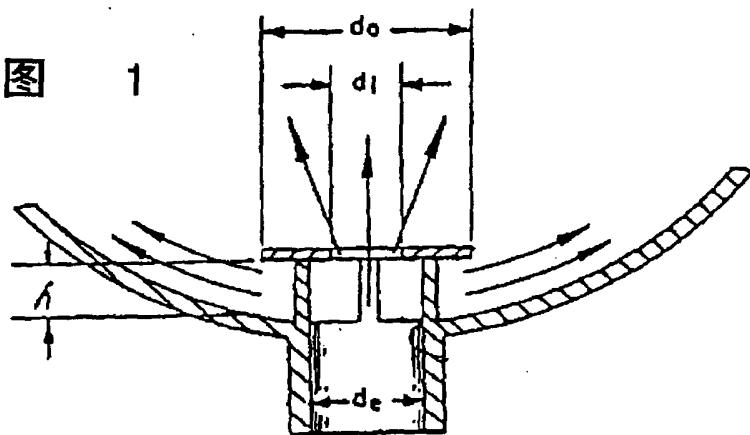


图 2

90-016-20

13

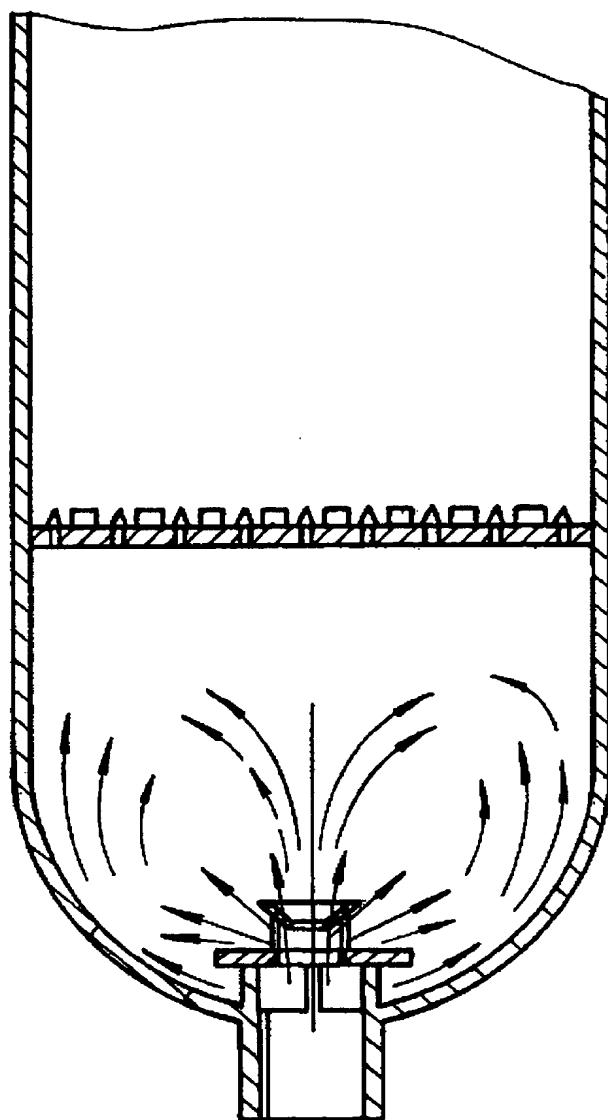


图 3

99-008-000

14

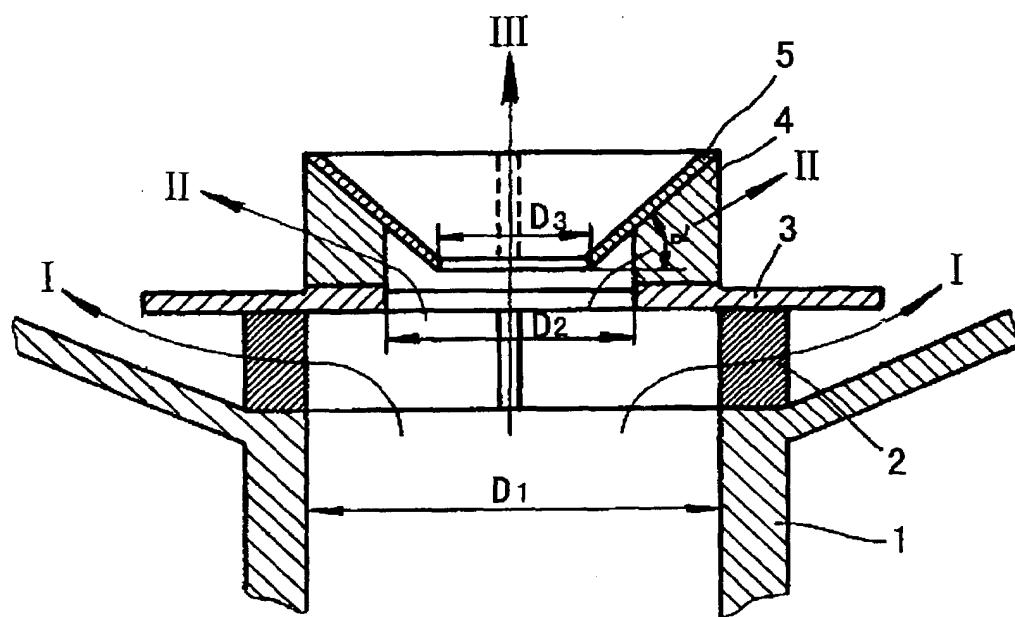


图 4